

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-261497

(43) 公開日 平成4年(1992)9月17日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 B	3/04	2115-4H		
	3/00	2115-4H		
	3/10	2115-4H		
	3/14	2115-4H		

審査請求 未請求 請求項の数16(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平3-22093

(22) 出願日 平成3年(1991)2月15日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 小堀 純

茨城県鹿島郡波崎町土合本町1丁目8762-

23 花王土合寮

(74) 代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54) 【発明の名称】 ジグリセリドに富む油脂の精製方法

(57) 【要約】

【構成】 ジグリセリドに富む油脂に有機酸を添加した後、水蒸気蒸留等の脱臭処理を行ってジグリセリドに富む油脂を精製する。

【効果】 水蒸気蒸留による脱臭工程においてジグリセリドの含量低下をきたすことなくジグリセリドに富む油脂を精製することができ、風味が一層改善されたジグリセリドを得ることができる。

(2)

(2)

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ジグリセリドに富む油脂に有機酸を添加した後、脱臭処理を行うことを特徴とするジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項2】 有機酸がキレート能を有することを特徴とする請求項1記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項3】 有機酸がクエン酸、コハク酸、マレイン酸、シュウ酸、アコニット酸、イタコン酸、シトラコン酸、酒石酸、フマル酸又はリンゴ酸である請求項1又は2記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項4】 有機酸の添加量がジグリセリドに富む油脂100重量部に対し0.1～2重量部である請求項1～3のいずれか1項に記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項5】 有機酸を添加した後、多孔性吸着剤で脱色処理することを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項6】 有機酸を添加した後、水あるいは低級アルコールを含む水で洗浄することを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項7】 有機酸を添加した後、多孔性吸着剤で脱色処理し、さらに水あるいは低級アルコールを含む水で洗浄することを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項8】 有機酸の濃度が、水あるいは低級アルコールを含む水に対して1～50重量%である請求項6又は7記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項9】 有機酸を含む水、あるいは有機酸と低級アルコールを含む水の添加量がジグリセリドに富む油脂100重量部に対して1～1000重量部である請求項6又は7記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項10】 低級アルコールが、メタノール、エタノール、プロパノール又はイソプロパノールである請求項6～9のいずれか1項に記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項11】 脱臭処理を水蒸気蒸留により行うことを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項12】 水蒸気蒸留による脱臭処理の温度が220℃以上である請求項11記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項13】 ジグリセリドに富む油脂を有機酸を含む水あるいは有機酸と低級アルコールを含む水で洗浄した後、水蒸気蒸留により脱臭処理を行う請求項11又は12記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項14】 水蒸気蒸留による脱臭処理の温度が220℃以上である請求項13記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項15】 水蒸気蒸留における水蒸気量が、ジグリセリドに富む油脂100重量部に対し1～20重量部である請求項11～14のいずれか1項に記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

【請求項16】 水蒸気蒸留における水蒸気量が、ジグリセリドに富む油脂100重量部に対し3～10重量部である請求項15記載のジグリセリドに富む油脂の精製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はジグリセリドに富む油脂の精製方法に関し、詳しくは、不均化反応を起こすことなく、風味を改善し、食用に適したジグリセリドに富む油脂を得ることができる精製方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 従来の油脂の一般的精製方法は大豆油、コーン油、菜種油、パーム油、魚油等のトリグリセリドを主成分とする油脂に関するものであり、ジグリセリドの精製に関してはほとんど検討がなされていない。

【0003】 ジグリセリドはグリセリンに脂肪酸が2個エステル結合したもので官能基として1個の水酸基をもっている。水酸基をもつため、高温においてジグリセリド分子間における不均化反応が起こり易く、その結果モノグリセリド及びトリグリセリドが増加し、目的とするジグリセリドが減少する。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 かかる実情において、本発明者らは、ジグリセリドに富む油脂の精製法として、有機酸を添加することによって水蒸気蒸留による脱臭工程においてジグリセリドの不均化反応が抑制されること、さらに有機酸の水溶液あるいは有機酸と低級アルコールを含む水溶液で洗浄することによって、水蒸気蒸留による脱臭工程においてジグリセリドの不均化反応が抑制されることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0005】 即ち、本発明は、ジグリセリドに富む油脂に有機酸を添加した後、脱臭処理を行うことを特徴とするジグリセリドに富む油脂の精製方法、更に好ましくは、ジグリセリドに富む油脂を有機酸を含む水あるいは有機酸と低級アルコールを含む水で洗浄した後、水蒸気蒸留により脱臭処理を行うことを特徴とするジグリセリドに富む油脂の精製方法を提供するものである。

【0006】 本発明でいうジグリセリドには構成脂肪酸が単一の単酸基ジグリセリドまたは構成脂肪酸が2種以上の混酸基ジグリセリドがある。構成脂肪酸は、直鎖および/または分岐脂肪酸のどちらでもよく、飽和および/または不飽和脂肪酸でもよい。構成脂肪酸の鎖長は特に限定されるものではないが、通常用いられるものとして炭素数8～22のものを例示できる。また構成脂肪酸がグリセリンとエステル結合する位置についてはα位、β位どちらでもかまわない。

3

【0007】本発明でいうジグリセリドに富む油脂としては、特にジグリセリドの含量が全グリセリド中の30重量%以上であるものが好ましい。このようなジグリセリドに富む油脂は脂肪酸とグリセリンのエステル化、油脂類とグリセリンのエステル交換等によって製造できるが、本発明はジグリセリドに富む油脂の製造方法、精製方法、履歴によって限定されるものではない。

【0008】本発明で用いる有機酸としてはキレート能を有するものが好ましく、具体的にはクエン酸、コハク酸、マレイン酸、シュウ酸、アコニット酸、イタコン酸、シトラコン酸、酒石酸、フマル酸、リンゴ酸などが挙げられる。有機酸の添加方法としては水あるいは低級アルコールを含む水の溶液として添加し、加熱、減圧等の操作で、水、低級アルコールを除去するのが一般的であるが、粉末で添加し、ジグリセリドに富む油脂に溶解させてもよい。

【0009】また有機酸の添加量に限定はないが、好ましくはジグリセリドに富む油脂100重量部に対し0.1～2重量部である。

【0010】本発明の精製方法は従来の油脂の精製方法と組み合わせることができる。即ち有機酸の添加工程あるいは有機酸を含む水あるいは有機酸と低級アルコールを含む水による洗浄工程は、従来の油脂の精製工程と組み合わせることができる。これらの組合せとしては、以下に示す方法が挙げられる。

【0011】(1) ジグリセリドに富む油脂に有機酸を添加したのち、水蒸気蒸留による脱臭処理を行う方法。

(2) ジグリセリドに富む油脂に有機酸を添加したのち、多孔性吸着剤で脱色処理したのち水蒸気蒸留によって脱臭処理する方法。

(3) ジグリセリドに富む油脂に有機酸を添加したのち、多孔性吸着剤で脱色処理し、水あるいは低級アルコールを含む水で洗浄し、水蒸気蒸留によって脱臭する方法。

(4) ジグリセリドに富む油脂を有機酸を含む水、あるいは有機酸と低級アルコールを含む水で洗浄し、水蒸気蒸留によって脱臭する方法。

【0012】本発明においてジグリセリドに富む油脂を有機酸を含む水、あるいは有機酸と低級アルコールを含む水で洗浄する場合、有機酸の濃度は、水あるいは低級アルコールを含む水に対して1～50重量%が好ましい。また有機酸を含む水、あるいは有機酸と低級アルコールを含む水の添加量はジグリセリドに富む油脂100重量部に対して1～1000重量部が好ましい。

【0013】また本発明の方法における洗浄はジグリセリドに富む油脂と、有機酸を含む水、あるいは有機酸と低級アルコールを含む水とをよく混合し、その後水あるいは低級アルコールを除去する操作をくり返すことによって行う。ここで用いられる低級アルコールとしてはメタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール等が挙げられる。洗浄の温度としてはジグリセリドに

(3)

富む油脂の融点以上であればよいが、25～95℃で行うのが好ましい。

【0014】本発明において水蒸気蒸留による脱臭処理の温度は、220℃より低くても特に支障はない場合もあるが、精製後のジグリセリドに富む油脂の風味を良くしたい場合は220℃以上であることが望ましい。水蒸気蒸留による脱臭の方法としては、回分式でも半連続式、連続式または薄膜連続式でもよい。水蒸気量はジグリセリドに富む油脂100重量部に対し1～20重量部が好ましく、更に好ましくは3～10重量部である。

【0015】かくしてジグリセリドに富む油脂をジグリセリド含量の低下することなく、しかも風味良く得ることができる。

【0016】

【実施例】以下に本発明を実施例及び比較例をもって詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0017】実施例1

菜種油由来の脂肪酸とグリセリンとのエステル化により得られたエステル化物を分子蒸留により、脂肪酸、モノグリセリドを除去した。さらにこのもの300gに対して活性白土6g、活性炭2gを加えて、110℃、5torrで30分脱色処理を行ったのち、濾過により白土と活性炭を除き、脱色油脂を得た。さらにこの脱色油脂200gに蒸留水40gを加え40℃で10分間攪拌した後デカンテーションにより水相部を除いた。この水洗処理を2度繰り返して、ジグリセリドに富む油脂を得た。このジグリセリドに富む油脂150gに10%クエン酸水溶液7.5gを加え60℃で20分間攪拌した後、110℃、2torrで脱水し70℃まで冷却後234℃で2時間水蒸気蒸留による脱臭処理を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表1に示した。

【0018】実施例2

実施例1の水洗処理のみを行わない場合の脱臭処理前後のグリセリド組成を表1に示した。

【0019】実施例3

実施例1の脱色処理によって得られたジグリセリドに富む油脂200gに10%クエン酸水溶液6gを加え10分間攪拌した後、蒸留水100gを加え40℃で10分間攪拌した後デカンテーションにより水相部を除いた。この水洗処理を5度繰り返して、さらに235℃で2.5時間水蒸気蒸留による脱臭処理を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表1に示した。

【0020】比較例1

実施例1の水洗処理によって得られたジグリセリドに富む油脂にクエン酸水溶液を添加しないこと以外は実施例1と同じ方法によりジグリセリドに富む油脂の精製を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表1に示した。

【0021】比較例2

実施例1の脱色処理によって得られたジグリセリドに富む油脂を、水洗処理とクエン酸水溶液の添加を行わない

以外は実施例1と同じ方法によりジグリセリドに富む油脂の精製を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表1に示した。

【0022】

【表1】

		グリセリド組成 (重量%)		
		モノグリセリド	ジグリセリド	トリグリセリド
実施例1	脱臭処理前	0.5	88.9	10.6
	脱臭処理後	1.6	80.2	18.2
実施例2	脱臭処理前	0.5	88.5	11.0
	脱臭処理後	1.2	78.2	20.6
実施例3	脱臭処理前	0.5	88.6	11.9
	脱臭処理後	0.8	81.2	17.2
比較例1	脱臭処理前	0.5	88.9	10.6
	脱臭処理後	3.2	63.9	32.9
比較例2	脱臭処理前	0.5	87.6	11.9
	脱臭処理後	1.7	57.8	40.4

【0023】実施例4

菜種油由来の脂肪酸とグリセリンとのエステル化により得られたエステル化物を分子蒸留により、脂肪酸、モノグリセリドを除去しジグリセリドに富む油脂を得た。このジグリセリドに富む油脂300gに10%クエン酸水溶液15gを加え80℃で30分間攪拌した後5 torr、110℃で減圧脱水し、さらに70℃まで冷却した後、活性白土6g、活性炭1gを加え5 torr、110℃で30分脱色処理して70℃まで冷却した後濾過し脱色油脂を得た。この脱色油脂200gに蒸留水100gを加え40℃で10分間攪拌した後デカンテーションにより水相部を除いた。この水洗処理を4度繰り返し、さらに235℃で2.5時間水蒸気蒸留による脱臭処理を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表2に示した。

【0024】実施例5

実施例4のクエン酸をシュウ酸に変える以外は実施例4と同じ方法でジグリセリドに富む油脂の精製を行った。

脱臭処理前後のグリセリド組成を表2に示した。

【0025】実施例6

実施例4のクエン酸をマレイン酸に変える以外は実施例4と同じ方法でジグリセリドに富む油脂の精製を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表2に示した。

【0026】実施例7

実施例4のクエン酸をコハク酸に変える以外は実施例4と同じ方法でジグリセリドに富む油脂の精製を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表2に示した。

10 【0027】比較例3

実施例4のクエン酸を添加しないこと以外は実施例4と同じ方法でジグリセリドに富む油脂の精製を行った。脱臭処理前後のグリセリド組成を表2に示した。

【0028】

【表2】

		グリセリド組成 (重量%)		
		モノグリセリド	ジグリセリド	トリグリセリド
実施例4	脱臭処理前	0.6	87.4	12.0
	脱臭処理後	0.4	86.9	12.7
実施例5	脱臭処理前	1.2	84.7	14.1
	脱臭処理後	0.9	82.3	16.9
実施例6	脱臭処理前	1.3	84.4	14.3
	脱臭処理後	2.2	77.9	19.9
実施例7	脱臭処理前	1.2	84.6	14.2
	脱臭処理後	1.9	80.0	18.1
比較例3	脱臭処理前	1.0	85.9	13.1
	脱臭処理後	2.8	69.7	27.5

【0029】

【発明の効果】本発明の精製法に従うと、水蒸気蒸留による脱臭工程においてジグリセリドの含量低下をきたすことなくジグリセリドに富む油脂を精製することができる。しかも、本発明の精製法によると風味が一層改善されたジグリセリドを得ることができる。